

TREATMENT OF POLYURETHANE-BASED ELASTIC FIBER

Patent Number: JP9049167
Publication date: 1997-02-18
Inventor(s): ARAKAWA YASUNOBU;; KOMATSU YUKIO;; FUJII TSUKASA
Applicant(s): TAKEMOTO OIL & FAT CO LTD
Requested Patent: ☐ JP9049167
Application Number: JP19960148205 19960517
Priority Number(s):
IPC Classification: D06M13/292; D01F6/70; D06M13/02; D06M15/643
EC Classification:
Equivalents:

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To reduce scum adhesion to guides and add excellent releasing properties to a polyurethane-based elastic fiber by applying a treating oil solution prepared by blending a lubricant and an organic phosphate to the polyurethane elastic fiber.

SOLUTION: A treating oil solution for treating a polyurethane-based elastic fiber is prepared by blending 0.2-25 pts.wt. organic phosphoric acid mixture expressed by the formula [R is an 8-18C alkyl or a 14-18C alkenyl; A is a 2-3C alkylene; (n) is a 1-10 integer; (q) and (r) are each 1 or 2 and an integer satisfying (q)+(r)=3 and M is an alkanolamine or an alkali metal] and a molar ratio of the alkanolamine and the alkali metal is 50/50-1/99, preferably 40/60-20/80 and further 1-10 pts.wt. polyether-modified silicone with 100 pts.wt. lubricant component obtained by blending 25-80wt.% mineral oil with 75-20wt.% polydimethylsiloxane both having 2×10^{-6} - 4×10^{-6} m²/s viscosity at 25 deg.C. This oil solution is applied by neat oiling to the polyurethane-based elastic fiber in addition amount of 0.5-10wt.% at an instance between spinning and winding.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-49167

(43) 公開日 平成9年(1997)2月18日

(51) Int.Cl. ⁴	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
D 0 6 M 13/292			D 0 6 M 13/32	
D 0 1 F 6/70			D 0 1 F 6/70	A
D 0 6 M 13/02			D 0 6 M 13/02	
15/643			15/643	
// D 0 1 D 5/096			D 0 1 D 5/096	Z
審査請求 未請求 請求項の数 6 F D (全 10 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平8-148205

(22) 出願日 平成8年(1996)5月17日

(31) 優先権主張番号 特願平7-158537

(32) 優先日 平7(1996)5月31日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000210654

竹本油脂株式会社

愛知県蒲郡市港町2番5号

(72) 発明者 荒川 泰伸

愛知県豊橋市山田二番町67番地

(72) 発明者 小松 幸男

愛知県蒲郡市松原町20番12号

(72) 発明者 藤井 吏

愛知県豊田市上郷町市場30番地3

(74) 代理人 弁理士 入山 宏正

(54) 【発明の名称】 ポリウレタン系弾性繊維の処理方法

(57) 【要約】

【課題】本発明は、ポリウレタン系弾性繊維に優れた解舒性を付与することができ、同時に優れた制電性を付与し、また加工工程におけるガイド類へのスカムの付着及び蓄積を低減することができる、ポリウレタン系弾性繊維の処理方法を提供するものである。

【解決手段】本発明は、特定組成の潤滑油成分に特定の有機リン酸エステル塩混合物を所定割合で配合した処理用油剤を、紡糸後でパッケージに巻き取るまでの間のポリウレタン系弾性繊維に所定の付着量となるようニート給油することを持徴としている。

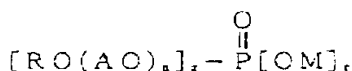
1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記の潤滑油成分100重量部当たり下記の有機リン酸エステル塩混合物を0.2～25重量部の割合で配合した処理用油剤を、紡糸後でパッケージに巻き取るまでの間のポリウレタン系弾性繊維に0.5～10重量%の付着量となるようニート給油することを特徴とするポリウレタン系弾性繊維の処理方法。

潤滑油成分：共に25℃における粘度が $2 \times 10^{-3} \sim 40 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ である鉱物油とポリジメチルシロキサンとから成り、該鉱物油/該ポリジメチルシロキサン = 25/75～80/20（重量%）の割合から成る潤滑油成分

有機リン酸エステル塩混合物：下記の式1で示される有機リン酸エステル塩の混合物であって、該混合物中のアルカノールアミン塩とアルカリ金属塩との割合が該アルカノールアミン塩/該アルカリ金属塩 = 50/50～1/99（モル比）である有機リン酸エステル塩混合物



（式1において、

R：炭素数3～18のアルキル基又は炭素数14～18のアルケニル基

A：炭素数2又は3のアルキレン基

n：1～10の整数

q, r：1又は2であって、 $q + r = 3$ を満足する整数

M：同時に同一又は異なる、アルカノールアミン又はアルカリ金属

【請求項2】 有機リン酸エステル塩混合物が、混合物中のアルカノールアミン塩とアルカリ金属塩との割合が該アルカノールアミン塩/該アルカリ金属塩 = 40/60～20/80（モル比）のものである請求項1記載のポリウレタン系弾性繊維の処理方法。

【請求項3】 アルカノールアミンがN-ブチル置換エタノールアミンであり、またアルカリ金属がカリウムである請求項1又は2記載のポリウレタン系弾性繊維の処理方法。

【請求項4】 式1で示される有機リン酸エステル塩が、Rが炭素数12～18の直鎖2級アルキル基であり、またAがエチレン基であって、更にnが2～8の整数である場合の有機リン酸エステル塩である請求項1、2又は3記載のポリウレタン系弾性繊維の処理方法。

【請求項5】 処理用油剤が、潤滑油成分100重量部当たり更に下記のポリエーテル変性シリコンを1～10重量部の割合で配合したものである請求項1、2、3又は4記載のポリウレタン系弾性繊維の処理方法。

ポリエーテル変性シリコン：分子中に重合体ブロックとしてポリジアルキルシロキサンブロックとポリオキシアルキレンエーテルブロックとを有するポリエーテル変性

2

シリコンであって、その数平均分子量が1000～100000であり且つ分子中に該ポリオキシアルキレンエーテルブロックを20～80重量%の割合で有するポリエーテル変性シリコン

【請求項6】 ポリエーテル変性シリコンが、オキシアルキレン単位としてオキシエチレン単位を20モル%以上の割合で有するポリオキシアルキレンエーテルブロックを有するものである請求項5記載のポリウレタン系弾性繊維の処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はポリウレタン系弾性繊維の処理方法に関する。ポリウレタン系弾性繊維は、ポリエステル系繊維やポリアミド系繊維等、他の合成繊維に比べて、繊維-繊維間の粘着性が強い、そのため、ポリウレタン系弾性繊維を紡糸し、パッケージに巻き取った後、該パッケージから引き出して加工工程に供する際、パッケージから安定して解紬するのが難しい。本発明は、ポリウレタン系弾性繊維に優れた解紬性を付与することができ、同時に優れた制電性を付与し、また加工工程におけるガイド類へのスカムの付着及び蓄積を低減することかできるポリウレタン系弾性繊維の処理方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、ポリウレタン系弾性繊維の処理方法として、ポリウレタン系弾性繊維を、ポリジメチルシロキサン及び鉱物油に高級脂肪酸金属塩の固状微粒子を分散させた処理剤で処理する方法（特公昭37-4586）、アルキルホスフェートの金属塩及び親水性活性剤を配合した処理剤で処理する方法（特公昭41-21956）等が提案されている。ところが、これらの従来法には、パッケージからポリウレタン系弾性繊維を安定して解紬する効果がある程度認められるものの、制電性が悪く、また加工工程におけるガイド類へのスカムの付着及び蓄積が多いという欠点がある。制電性が悪いと、或はまた加工工程におけるガイド類へのスカムの付着及び蓄積が多いと、各種の工程障害、例えば糸切れが多発する。一方、ポリエーテルエステル系弾性繊維の処理方法としては、ポリエーテルエステル系弾性繊維を、ポリジメチルシロキサン及び鉱物油に常温で液状のイソアルキルホスフェートカリウム塩を配合した処理剤で処理する方法（特開平4-146276）、ポリジメチルシロキサンジオールにアルキルホスフェート系アニオン界面活性剤及びアルキルスルホネート系アニオン界面活性剤を配合した処理剤で処理する方法（特開平4-352878）等が知られている。ところが、これらポリエーテルエステル系弾性繊維の処理方法をポリウレタン系弾性繊維に適用しても、充分な解紬性を付与することかできず、加えて制電性が悪く或は加工工程におけるガイド類へのスカムの付着及び蓄積が多いという欠点がある。

20

30

40

50

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明が解決しようとする課題は、従来法では、ポリウレタン系弾性繊維への充分な解紮性及び制電性の付与並びに加工工程におけるガイド類へのスクムの付着及び蓄積の軽減を同時に達成することができない点である。

【0004】

【課題を解決するための手段】しかして本発明者らは、上記課題を解決するべく鋭意研究した結果、特定組成の潤滑油成分に特定の有機リン酸エステル塩混合物を所定割合で配合した処理用油剤を、紡糸後でパッケージに巻き取るまでの間のポリウレタン系弾性繊維に所定の付着量となるようニート給油することが正しく好適であることを見出した。

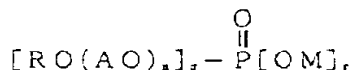
【0005】すなわち本発明は、下記の潤滑油成分100重量部当たり下記の有機リン酸エステル塩混合物を0.2～2.5重量部の割合で配合した処理用油剤を、紡糸後でパッケージに巻き取るまでの間のポリウレタン系弾性繊維に0.5～1.0重量%の付着量となるようニート給油することを特徴とするポリウレタン系弾性繊維の処理方法に係る。

【0006】潤滑油成分：共に25℃における粘度が $2 \times 10^{-3} \sim 40 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ である鉱物油とポリジメチルシロキサンとから成り、該鉱物油/該ポリジメチルシロキサン=25/75～80/20（重量%）の割合から成る潤滑油成分

【0007】有機リン酸エステル塩混合物：下記の式1で示される有機リン酸エステル塩の混合物であって、該混合物中のアルカノールアミン塩とアルカリ金属塩との割合が該アルカノールアミン塩/該アルカリ金属塩=50/50～1/99（モル比）である有機リン酸エステル塩混合物

【0008】

【式1】



【0009】（式1において、

R：炭素数3～18のアルキル基又は炭素数14～18のアルケニル基

A：炭素数2又は3のアルキレン基

n：1～10の整数

q, r：1又は2であって、 $q + r = 3$ を満足する整数

M：同時に同一又は異なる、アルカノールアミン又はアルカリ金属

【0010】本発明において、潤滑油成分の一成分として用いる鉱物油は、25℃における粘度が $2 \times 10^{-3} \sim 40 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ のものであるが、 $5 \times 10^{-3} \sim 20 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ のものが好ましい。かかる鉱物油としては流動パラフィンオイルが有利に使用できる。

【0011】また本発明において、潤滑油成分の他の一成分として用いるポリジメチルシロキサンは、25℃における粘度が $2 \times 10^{-3} \sim 40 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ のものであるが、 $5 \times 10^{-3} \sim 20 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ のものが好ましい。

【0012】潤滑油成分を構成する鉱物油とポリジメチルシロキサンとの割合は、鉱物油/ポリジメチルシロキサン=25/75～80/20（重量%）とするが、35/65～65/35（重量%）とするのが好ましい。

【0013】式1で示される有機リン酸エステル塩には、（ポリ）オキシアルキレングリコールアルキルエーテルリン酸エステル塩及び（ポリ）オキシアルキレングリコールアルケニルエーテルリン酸エステル塩が包含される。具体的には、式1において、1） $q = 1$ である場合の、モノ（ポリ）オキシアルキレングリコールアルキルエーテルリン酸エステル塩、モノ（ポリ）オキシアルキレングリコールアルケニルエーテルリン酸エステル塩、2） $q = 2$ である場合の、ジ（ポリ）オキシアルキレングリコールアルキルエーテルリン酸エステル塩、ジ（ポリ）オキシアルキレングリコールアルケニルエーテルリン酸エステル塩が包含される。

【0014】式1において、Rは、いずれも炭素数3～18の、直鎖1級アルキル基、側鎖を有する1級アルキル基、直鎖2級アルキル基等のアルキル基又は炭素数14～18のアルケニル基であるが、これらのうちでは炭素数12～18の直鎖2級アルキル基が好ましい。

【0015】式1において、nでくくられたAOは炭素数2又は3のアルコキシ単位であり、したがって（AO）_nには、エトキシ単位の繰返し、プロポキシ単位の繰返し、エトキシ単位とプロポキシ単位との繰返しかがあるが、エトキシ単位とプロポキシ単位との繰返しである場合には双方の単位がランダム状又はブロック状に結合したものがある。かかるアルコキシ単位の繰返し数nは、1～10とするが、2～8とするのが好ましい。またアルコキシ単位の繰返しとしてはエトキシ単位を50モル%以上含むものが好ましく、エトキシ単位100モル%のものか更に好ましい。

【0016】式1において、塩基Mは、同時に同一又は異なる、アルカノールアミン又はアルカリ金属である。かかるアルカノールアミンとしては、1）モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、トリイソプロパノールアミン等の、アルカノール基の炭素数が2又は3のモノ～トリアルカノールアミン、2）メチルジエタノールアミン、ブチルジエタノールアミン、ジブチルエタノールアミン、ブチルモノエタノールアミン、オクチルジエタノールアミン、ラウリルジエタノールアミン等の、N-アルキル置換アルカノールアミンがあるが、これらのうちではN-アルキル置換エタノールアミンが好ましく、N-ブチル置換エタノールアミンが更に好ましい。またアルカリ金属としては、ナト

リウム、カリウム、リチウムがあるが、カリウムが好ましい。

【0017】本発明で用いる有機リン酸エステル塩混合物は、以上説明したような式1で示される有機リン酸エステル塩の混合物である。かかる混合物としては、1) 有機リン酸エステルアルカノールアミン塩と有機リン酸エステルアルカリ金属塩との混合物、2) 有機リン酸エステルアルカノールアミン・アルカリ金属塩と有機リン酸エステルアルカリ金属塩との混合物、3) 有機リン酸エステルアルカノールアミン塩と有機リン酸エステルアルカリ金属塩との混合物がある。

【0018】本発明では、上記のような混合物であっても、有機リン酸エステル塩であるアルカノールアミン塩とアルカリ金属塩とが、アルカノールアミン塩/アルカリ金属塩=50/50~1/99(モル比)の割合となる混合物、好ましくは40/60~20/80(モル比)の割合となる混合物を用いる。双方の有機リン酸エステル塩の割合を上記のように設定することが肝要であり、双方の有機リン酸エステル塩の割合が上記の範囲を外れると、詳しくは後述する実施例と比較例とで対比するように、所期の効果が得られない。

【0019】式1で示される有機リン酸エステル塩は、公知の方法で製造することができる。これには例えば、高級アルコールのアルキレンオキサイド付加物に無水リン酸を反応させて相当する酸性リン酸エステルを得た後、この酸性リン酸エステルをアルカノールアミンと水酸化アルカリとを所望の割合で用いて中和することにより得ることができる。この場合、通常は有機リン酸モノエステル塩と有機リン酸ジエステル塩との混合物が得られるが、かかる混合物のうちでは有機リン酸モノエステル塩/有機リン酸ジエステル塩=30/70~70/30(モル比)のものが有利に使用できる。

【0020】本発明における処理用油剤は、前記した潤滑油成分に前記した有機リン酸エステル塩混合物を配合して成るものである。この場合、配合割合は、該潤滑油成分100重量部当たり、該有機リン酸エステル塩混合物を0.2~2.5重量部とするが、0.5~5重量部とするのが好ましい。

【0021】本発明における処理用油剤は、前記した潤滑油成分に前記した有機リン酸エステル塩混合物を所定割合で配合したものであるが、該有機リン酸エステル塩混合物に加えて更に特定のポリエーテル変性シリコンを所定割合で配合したものがより好ましい。かかるポリエーテル変性シリコンは、分子中に重合体ブロックとしてポリジアルキルシロキサンプロックとポリオキシアルキレンエーテルブロックとを有するポリエーテル変性シリコンであって、その数平均分子量が、1000~100000、好ましくは2000~30000であり且つ分子中にポリオキシアルキレンエーテルブロックを20~8

0重量%、好ましくは25~60重量%の割合で有するポリエーテル変性シリコンである。

【0022】上記ポリエーテル変性シリコンにおいて、本発明はそれを構成するポリジアルキルシロキサンプロックを特に制限するものではないが、これには例えば、1) 繰り返し単位としてのジアルキルシロキサン単位がジメチルシロキサン単位のみであるポリジメチルシロキサンプロック、2) 繰り返し単位としてのジメチルシロキサン単位の一部がジエチルシロキサン単位、ジプロピルシロキサン単位、エチル・メチルシロキサン単位、メチル・プロピルシロキサン単位等で置換された部分置換ポリジメチルシロキサンプロック等が挙げられるが、なかでもポリジメチルシロキサンプロックが好ましい。

【0023】また上記ポリエーテル変性シリコンにおいて、本発明はそれを構成するポリオキシアルキレンエーテルブロックを特に制限するものではないが、繰り返し単位であるオキシアルキレン単位としてオキシエチレン単位を20モル%以上の割合で有するものが好ましく、50~80モル%の割合で有するものがより好ましい。かかる好ましいポリオキシアルキレンエーテルブロックとしては、1) 繰り返し単位であるオキシアルキレン単位としてオキシエチレン単位のみを有するポリオキシエチレンエーテルブロック、2) 繰り返し単位であるオキシアルキレン単位としてオキシエチレン単位とポリオキシプロピレン単位とを有し且つオキシエチレン単位を50~80モル%の割合で有するポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレンエーテルブロック等が挙げられる。

【0024】本発明において、ポリエーテル変性シリコンを配合する場合、その配合割合は潤滑油成分100重量部当たりポリエーテル変性シリコンを1~10重量部の割合で配合するが、2~8重量部の割合で配合するのが好ましい。

【0025】本発明では、前記した処理用油剤を、紡糸後でパッケージに巻き取るまでの間のポリウレタン系弾性繊維にニート給油する。ここでニート給油とは処理用油剤を溶剤で希釈することなくそのまま給油することを意味する。かかるニート給油の方法としては、ローラーオイリング法、ガイドオイリング法、スプレーオイリング法等、公知の方法が適用できる。ニート給油による処理用油剤の付着量は、ポリウレタン系弾性繊維に対し0.5~10重量%とするが、2~7重量%とするのが好ましい。

【0026】本発明において処理対象となるポリウレタン系弾性繊維には、1) ポリオールとジイソシアネートとを無溶剤で反応させて末端にイソシアネートを含有するプレポリマーを作製した後、これを極性溶剤中にてジアミンにより鎖伸長反応させて紡糸可能な粘度のドープとし、このドープを乾式紡糸することによって製造されるポリウレタン系弾性繊維、2) 上記のドープを湿式紡糸することによって製造されるポリウレタン系弾性繊維

維、3) ポリオール、ジイソシアネート及びハードセグメントとなる低分子ジオールを溶融重合し、得られた重合体を溶融紡糸することによって製造されるポリウレタン系弾性繊維等がある。

【0027】

【発明の実施の形態】本発明の実施形態としては、次の1)～12)が好適例として挙げられる。

1) 下記の潤滑油成分100重量部当たり下記の有機リン酸エステル塩混合物(P-1)を1重量部の割合で配合した処理用油剤を、紡糸後でパッケージに巻き取るまでの間のポリウレタン系弾性繊維に5重量%の付着量となるようにニート給油する方法。

潤滑油成分：25℃における粘度が $2 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ の鉱物油(M-1)60重量部と25℃における粘度が $10 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ のポリジメチルシロキサン(S-1)40重量部とから成る潤滑油成分

有機リン酸エステル塩混合物(P-1)：ポリオキシエチレン(3モル)sec-トリデシルエーテル3モルと五酸化リン1モルとから得られる酸性リン酸エステルを、ジブチルエタノールアミンと水酸化カリウムとで完全中和した、ジブチルエタノールアミン塩/カリウム塩=30/70(モル比)の割合で有する有機リン酸エステル塩混合物(P-1)

【0028】2) 前記1)における有機リン酸エステル塩混合物(P-1)1重量部に代えて、下記の有機リン酸エステル塩混合物(P-2)を5重量部の割合で配合した処理用油剤を、前記1)のようにニート給油する方法。

有機リン酸エステル塩混合物(P-2)：ポリオキシエチレン(7モル)sec-トリデシルエーテル3モルと五酸化リン1モルとから得られる酸性リン酸エステルを、ブチルモノエタノールアミンと水酸化カリウムとで完全中和した、ブチルモノエタノールアミン塩/カリウム塩=35/65(モル比)の割合で有する有機リン酸エステル塩混合物(P-2)

【0029】3) 前記1)における有機リン酸エステル塩混合物(P-1)1重量部に代えて、下記の有機リン酸エステル塩混合物(P-3)を3重量部の割合で配合した処理用油剤を、前記1)のようにニート給油する方法。

有機リン酸エステル塩混合物(P-3)：ポリオキシエチレン(5モル)sec-ヘプタデシルエーテル3モルと五酸化リン1モルとから得られる酸性リン酸エステルを、ブチルジエタノールアミンと水酸化カリウムとで完全中和した、ブチルジエタノールアミン塩/カリウム塩=25/75(モル比)の割合で有する有機リン酸エステル塩混合物(P-3)

【0030】4) 前記1)における有機リン酸エステル塩混合物(P-1)1重量部に代えて、下記の有機リン酸エステル塩混合物(P-4)を10重量部の割合で配

合した処理用油剤を、前記1)のようにニート給油する方法。

有機リン酸エステル塩混合物(P-4)：ポリオキシエチレン(5モル)ポリオキシプロピレン(5モル)n-デシルエーテル3モルと五酸化リン1モルとから得られる酸性リン酸エステルを、ブチルモノエタノールアミンと水酸化カリウムとで完全中和した、ブチルモノエタノールアミン塩/カリウム塩=30/70(モル比)の割合で有する有機リン酸エステル塩混合物(P-4)

10 【0031】5) 前記1)における有機リン酸エステル塩混合物(P-1)1重量部に代えて、下記の有機リン酸エステル塩混合物(P-5)を10重量部の割合で配合した処理用油剤を、前記1)のようにニート給油する方法。

有機リン酸エステル塩混合物(P-5)：ポリオキシエチレン(4モル)ポリオキシプロピレン(1モル)n-オクタデシルエーテル3モルと五酸化リン1モルとから得られる酸性リン酸エステルを、ジブチルエタノールアミンと水酸化カリウムとで完全中和した、ジブチルエタノールアミン塩/カリウム塩=30/70(モル比)の割合で有する有機リン酸エステル塩混合物(P-5)

20 【0032】6) 下記の潤滑油成分100重量部当たり前記1)における有機リン酸エステル塩混合物(P-1)を1重量部の割合で配合した処理用油剤を、前記1)のようにニート給油する方法。

潤滑油成分：25℃における粘度が $5 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ の鉱物油(M-2)40重量部と25℃における粘度が $5 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ のポリジメチルシロキサン(S-2)60重量部とから成る潤滑油成分

30 【0033】7) 下記の潤滑油成分100重量部当たり前記4)における有機リン酸エステル塩混合物(P-4)を3重量部の割合で配合した処理用油剤を、前記1)のようにニート給油する方法。

潤滑油成分：25℃における粘度が $5 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ の鉱物油(M-2)40重量部と25℃における粘度が $10 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ のポリジメチルシロキサン(S-1)60重量部とから成る潤滑油成分

40 【0034】8) 下記の潤滑油成分100重量部当たり前記5)における有機リン酸エステル塩混合物(P-5)を3重量部の割合で配合した処理用油剤を、前記1)のようにニート給油する方法。

潤滑油成分：25℃における粘度が $2 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ の鉱物油(M-1)40重量部と25℃における粘度が $5 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ のポリジメチルシロキサン(S-2)60重量部とから成る潤滑油成分

50 【0035】9) 下記の潤滑油成分100重量部当たり前記5)における有機リン酸エステル塩混合物(P-5)を3重量部の割合で配合した処理用油剤を、前記1)のようにニート給油する方法。

潤滑油成分：25℃における粘度が $2 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$

の鉱物油(M-1)40重量部と25℃における粘度が $1.0 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ のポリジメチルシロキサン(S-1)60重量部とから成る潤滑油成分

【0036】10)前記1)における潤滑油成分100重量部当たり前記1)における有機リン酸エステル塩混合物(P-1)を1重量部及び下記のポリエーテル変性シリコン(PS-1)を4重量部の割合で配合した処理用油剤を、紡糸後でパッケージに巻き取るまでの間のポリウレタン糸弾性繊維に5重量%の付着量となるようニート給油する方法。

ポリエーテル変性シリコン(PS-1)：分子中に重合体ブロックとしてポリジメチルシロキサンプロックとポリオキシエチレンエーテルブロックとを有するポリエーテル変性シリコン(PS-1)であって、その数平均分子量が5500であり且つ分子中にポリオキシエチレンエーテルブロックを27重量%の割合で有するポリエーテル変性シリコン(PS-1)

【0037】11)前記1)における潤滑油成分100重量部当たり前記1)における有機リン酸エステル塩混合物(P-1)を1重量部及び下記のポリエーテル変性シリコン(PS-2)を5重量部の割合で配合した処理用油剤を、紡糸後でパッケージに巻き取るまでの間のポリウレタン糸弾性繊維に4重量%の付着量となるようニート給油する方法。

ポリエーテル変性シリコン(PS-2)：分子中に重合体ブロックとしてポリジメチルシロキサンプロックとオキシアリキレン単位の60モル%がオキシエチレン単位であるポリオキシアリキレンエーテルブロックとを有するポリエーテル変性シリコン(PS-2)であって、その数平均分子量が13500であり且つ分子中にポリオキシアリキレンエーテルブロックを30重量%の割合で有するポリエーテル変性シリコン(PS-2)

【0038】12)前記1)における潤滑油成分100重量部当たり前記1)における有機リン酸エステル塩混

合物(P-1)を1重量部及び下記のポリエーテル変性シリコン(PS-3)を2重量部の割合で配合した処理用油剤を、紡糸後でパッケージに巻き取るまでの間のポリウレタン糸弾性繊維に3重量%の付着量となるようニート給油する方法。

ポリエーテル変性シリコン(PS-3)：分子中に重合体ブロックとしてポリジメチルシロキサンプロックとオキシアリキレン単位の75モル%がオキシエチレン単位であるポリオキシアリキレンエーテルブロックとを有するポリエーテル変性シリコン(PS-3)であって、その数平均分子量が2200であり且つ分子中にポリオキシアリキレンエーテルブロックを55重量%の割合で有するポリエーテル変性シリコン(PS-3)

【0039】以下、本発明の構成及び効果をより具体的にするため、実施例等を挙げるが、本発明が該実施例に限定されるというものではない。尚、以下の実施例等において、別に記載しない限り、部は重量部、%は重量%である。

【0040】

【実施例】

試験区分1(有機リン酸エステル塩混合物の調製)

・有機リン酸エステル塩P-1～P-5及びR-1～R-5の合成

特公昭60-43468号公報に記載の方法にしたがって、ポリオキシエチレン(3モル)sec-トリデシルエーテル3モルと五酸化リン1モルとから酸性リン酸エステルを得た後、この酸性リン酸エステルをジブチルエタノールアミンと水酸化カリウムとを用いて完全中和し、有機リン酸エステル塩混合物P-1を得た。同様にして、有機リン酸エステル塩混合物P-2～P-5及びR-1～R-5を得た。これらの有機リン酸エステル塩混合物の内容を表1にまとめて示した。

【0041】

【表1】

種 類	有機リン酸エステル塩混合物					
	R	(A.O.) _n		M		
		A.O.の種類	繰り返し 数 n	7alkar-7minの種類	7alk金属 の種類	7alk-7min塩 /7alk金属塩 (モル比)
P-1	sec-トリデシル	オキシエチレン	3	ジブチルニアルミン	K	30/70
P-2	sec-トリデシル	オキシエチレン	7	ジブチルニアルミン	K	35/65
P-3	sec-ヘキサデシル	オキシエチレン	5	ジブチルニアルミン	K	25/75
P-4	n-デシル	オキシエチレン /オキシプロピレン	5/5	ジブチルニアルミン	K	30/70
P-5	n-オクタデシル	オキシエチレン /オキシプロピレン	4/1	ジブチルニアルミン	K	30/70
R-1	sec-トリデシル	—	—	ジブチルニアルミン	K	30/70
R-2	sec-トリデシル	オキシエチレン	5	ジブチルニアルミン	K	60/40
R-3	sec-トリデシル	オキシエチレン	5	ジブチルニアルミン	—	100/0
R-4	sec-トリデシル	オキシエチレン	5	—	Z	0/100
R-5	sec-トリデシル	オキシエチレン	25	ジブチルニアルミン	Z	30/70

【0042】表1において、

R, A.O., n, M: 前記した式1中の記号に相当

【0043】試験区分2 (処理用油剤の調製)

・処理用油剤T-1〜T-12及びt-1〜t-13の調製

試験区分1で得た有機リン酸エステル塩混合物P-1を

1部、鉱物油M-1を60部及びポリジメチルシロキサ*

20キンをS-1を40部、以上を20〜40℃で均一になるま

で混合して処理用油剤T-1を調製した。同様にして、

処理用油剤T-2〜T-12及びt-1〜t-13を調

製した。これらの処理用油剤の内容を表2及び表3によ

とめて示した。

【0044】

【表2】

種類	組 成							
	有機リン酸エステル塩混合物		潤 滑 油 成 分				ポリエーテル変性シリコン	
			鉱 物 油		ポリジメチルシロキサン			
	種 類	部	種類	部	種 類	部	種類	部
T-1	P-1	1	M-1	60	S-1	40	—	—
T-2	P-2	5	M-1	60	S-1	40	—	—
T-3	P-3	3	M-1	60	S-1	40	—	—
T-4	P-4	10	M-1	60	S-1	40	—	—
T-5	P-5	10	M-1	60	S-1	40	—	—
T-6	P-1	1	M-2	40	S-2	60	—	—
T-7	P-4	3	M-2	40	S-1	60	—	—
T-8	P-5	3	M-1	40	S-2	60	—	—
T-9	P-5	0.3	M-1	40	S-1	60	—	—
T-10	P-1	1	M-1	60	S-1	40	PS-1	4
T-11	P-1	1	M-1	60	S-1	40	PS-2	5
T-12	P-1	1	M-1	60	S-1	40	PS-3	2

【0045】

【表3】

種類	純 成					
	有機リン酸エステル塩		潤 滑 油 成 分			
	混合物		鉱 物 油		ポリジメチルシロキサン	
	種 類	部	種 類	部	種 類	部
t-1	R-1	3	M-1	60	S-1	40
t-2	R-2	3	M-1	60	S-1	40
t-3	R-3	3	M-1	60	S-1	40
t-4	R-4	3	M-1	60	S-1	40
t-5	R-5	3	M-1	60	S-1	40
t-6	P-1	3	MR-1	60	S-1	40
t-7	P-1	3	MR-2	60	S-1	40
t-8	P-1	3	M-1	60	SR-1	40
t-9	P-1	3	M-1	60	SR-2	40
t-10	P-1	0.05	M-1	60	S-1	40
t-11	P-1	35	M-1	60	S-1	40
t-12	P-1	3	M-1	20	S-1	80
t-13	P-1	3	M-1	90	S-1	10

【0046】表2及び表3において、

S-1: 25℃における粘度が $1.0 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ であるポリジメチルシロキサン

S-2: 25℃における粘度が $5 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ であるポリジメチルシロキサン

SR-1: 25℃における粘度が $1 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ であるポリジメチルシロキサン

SR-2: 25℃における粘度が $5.0 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ であるポリジメチルシロキサン

M-1: 25℃における粘度が $1.0 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ である鉱物油

M-2: 25℃における粘度が $5 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ である鉱物油

MR-1: 25℃における粘度が $1 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ である鉱物油

MR-2: 25℃における粘度が $5.0 \times 10^{-3} \text{ m}^2/\text{s}$ である鉱物油

PS-1: 分子中に重合体ブロックとしてポリジメチルシロキサンプロックとポリオキシエチレンエーテルブロックとを有するポリエーテル変性シリコンであって、その数平均分子量が5500であり且つ分子中にポリオキシエチレンエーテルブロックを27重量%の割合で有するポリエーテル変性シリコン

PS-2: 分子中に重合体ブロックとしてポリジメチルシロキサンプロックとオキシアルキレン単位の60モル%がオキシエチレン単位であるポリオキシアルキレンエーテルブロックとを有するポリエーテル変性シリコンであって、その数平均分子量が13500であり且つ分子中にポリオキシアルキレンエーテルブロックを30重量%の割合で有するポリエーテル変性シリコン

PS-3: 分子中に重合体ブロックとしてポリジメチル

シロキサンプロックとオキシアルキレン単位の75モル%がオキシエチレン単位であるポリオキシアルキレンエーテルブロックとを有するポリエーテル変性シリコンであって、その数平均分子量が2200であり且つ分子中にポリオキシアルキレンエーテルブロックを55重量%の割合で有するポリエーテル変性シリコン

【0047】試験区分3（ポリウレタン系弾性繊維への処理用油剤の付与及びその評価）

・ポリウレタン系弾性繊維への処理用油剤の付与

分子量10000のポリテトラメチレングリコールとジフェニルメタンジイソシアネートとから得たプレポリマーをジメチルホルムアミド溶液中にてエチレンジアミンにより鎖伸長反応させ、濃度30%の紡糸ドープを得た。この紡糸ドープを紡糸口金から加熱ガス流中に乾式紡糸し、乾式紡糸したポリウレタン系弾性繊維に試験区分2で得た各処理用油剤をローラーオイリング法でニート給油した。引き続いて、処理用油剤を付与したポリウレタン系弾性繊維をパッケージに巻き取り、40デニールの処理済みポリウレタン系弾性繊維を得た。

【0048】・解弛性の評価

第1駆動ローラとこれに常時当接するようその直上に軸支した第1遊動ローラとで送り出し部を構成し、また第2駆動ローラとこれに常時当接するようその直上に軸支した第2遊動ローラとで巻き取り部を構成して、該送り出し部に対し該巻き取り部を水平方向に20cm離して設置した。第1駆動ローラに処理済みポリウレタン系弾性繊維のパッケージを装着し、該処理済みポリウレタン系弾性繊維を第2駆動ローラに巻き取った。第1駆動ローラからの処理済みポリウレタン系弾性繊維の送り出し速度を50m/分で固定する一方、第2駆動ローラへの該処理済みポリウレタン系弾性繊維の巻き取り速度を50

m/分より徐々に上げて、該処理済みポリウレタン系弾性繊維をパッケージから強制解舒した。かかる強制解舒時において、送り出し部と巻き取り部との間で処理済みポリウレタン系弾性繊維の踊りなくなる時点での巻き取り速度V(m/分)を測定した。そして下記の式により解舒性(%)を求め、次の基準で評価した。結果を表4及び表5にまとめて示した。

$$\text{解舒性}(\%) = (V - 50) \times 2$$

【0049】◎：解舒性80%未満（全く問題無く、安定に解舒できる）

○：解舒性81～100%（糸の引き出しにやや抵抗感があるものの、糸切れの発生は無く、安定に解舒できる）

△：解舒性101～120%（糸の引き出しに抵抗感があり、若干の糸切れもあって、操業性にやや問題がある）

×：解舒性121%超（糸の引き出しに抵抗感が大きく、糸切れが多発して、操業性に大きな問題がある）

【0050】・スカムの評価

処理済みポリウレタン系弾性繊維を240本の枠立てに20より整経機にかけ、糸速20m/分で2万m巻き取った。この時、整経機上での各ガイド類に対するスカムの付着及び蓄積状態を肉眼観察し、次の基準で評価した。結果を表4及び表5にまとめて示した。

* ◎：スカムの付着が殆どない

○：スカムがやや付着しているが、糸の安定走行に問題はない

×：スカムの付着及び蓄積が多く、糸の安定走行に大きな問題がある

【0051】・制電性の評価

処理済みポリウレタン弾性繊維5gの電気抵抗値を、25℃×40%RHの雰囲気下で、電気抵抗測定器（東亜電波工業社製のSM-5E型）を用いて測定し、測定値を次の基準で評価した。結果を表4及び表5にまとめて示した。

◎：電気抵抗値1.0×10⁹Ω未満（全く問題無く、安定に操業できる）

○：電気抵抗値1.0×10⁹～1.0×10¹⁰Ω（整経工程で若干の寄りつきがあるが、問題なく安定に操業できる）

△：電気抵抗値1.1×10⁹～1.0×10¹¹Ω（整経工程での寄りつき及び丸編み工程での風綿の付着があるものの、操業性には問題が無い）

×：電気抵抗値1.0×10¹⁰Ω超（整経工程での寄りつきが激しく、丸編み工程での風綿の付着も激しくて、操業できない）

【0052】

【表4】

区分	処理用油剤	付着量	解舒性	スカム	制電性
実用例 1	T-1	5	◎	◎	◎
2	T-2	5	◎	◎	◎
3	T-3	5	◎	◎	◎
4	T-4	5	○	○	◎
5	T-5	5	◎	◎	○
6	T-6	5	○	○	◎
7	T-7	5	○	◎	○
8	T-8	5	○	○	◎
9	T-9	5	○	◎	○
10	T-4	1	○	○	◎
11	T-5	8	◎	◎	○
12	T-10	5	◎	◎	◎
13	T-11	4	◎	◎	◎
14	T-12	3	◎	◎	◎

【0053】

【表5】

区 分	処理用油剤	付着量	解 舒 性	ス カ ム	制 電 性
比較例 1	t-1	5	○	○	×
2	t-2	5	○	○	×
3	t-3	5	×	×	×
4	t-4	5	×	×	×
5	t-5	5	×	×	○
6	t-6	5	×	○	○
7	t-7	5	×	×	○
8	t-8	5	×	×	○
9	t-9	5	×	×	○
10	t-10	5	○	○	×
11	t-11	5	×	×	○
12	t-12	5	○	×	○
13	t-13	5	×	○	○
14	T-1	0.1	×	○	×
15	T-1	15	○	×	○

【0054】

* することができ、同時に優れた制電性を付与し、また加

【発明の効果】既に明らかなように、以上説明した本発明 20 工工程におけるガイド類へのスカムの付着及び蓄積を低減するには、ポリウレタン系弾性繊維に優れた解舒性を付与* 減することができるという効果がある。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

片内整理番号

F I

技術表示箇所

D 0 6 M 101:38

D 0 6 M 13/02